

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 11 月 24 日 (24.11.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/111170 A1

- (51) 国際特許分類: C09K 3/00, B32B 27/18 // C03C 27/12
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/008894
- (22) 国際出願日: 2005 年 5 月 16 日 (16.05.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-146875 2004 年 5 月 17 日 (17.05.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 呉羽化学工業株式会社 (KUREHA CHEMICAL INDUSTRY COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒1038552 東京都中央区日本橋堀留町一丁目 9 番 1 1 号 Tokyo (JP).

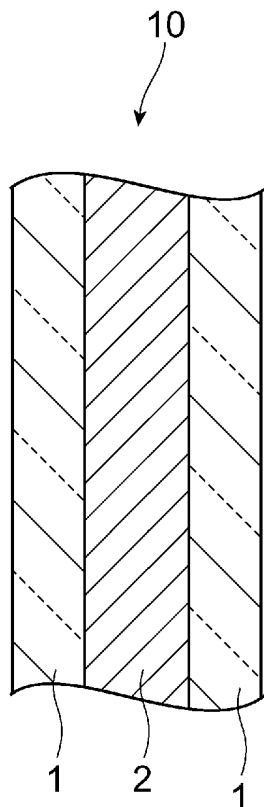
Rumi) [JP/JP]; 〒9748686 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社内 Fukushima (JP). 林 直樹 (HAYASHI, Naoki) [JP/JP]; 〒9748686 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社内 Fukushima (JP). 小林 由太加 (KOBAYASHI, Yutaka) [JP/JP]; 〒9748686 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社内 Fukushima (JP). 氏家 知美 (UJIE, Tomomi) [JP/JP]; 〒9748686 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社内 Fukushima (JP). 上遠野 浩樹 (KATONO, Hiroki) [JP/JP]; 〒9748686 福島県いわき市錦町落合 1 6 呉羽化学工業株式会社内 Fukushima (JP).

- (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外 (HASEGAWA, Yoshiki et al.); 〒1040061 東京都中央区銀座一丁目 1 0 番 6 号銀座ファーストビル 創英国際特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,

/ 続葉有 /

(54) Title: NEAR-INFRARED ABSORBING MATERIAL, NEAR-INFRARED ABSORBING COMPOSITION AND LAMINATE

(54) 発明の名称: 近赤外光吸収材料、近赤外光吸収性組成物及び積層体



(57) Abstract: A near-infrared absorbing material that to a laminated glass, is capable of imparting not only the property of cutting off near-infrared radiation but also excellent light fastness; a near-infrared absorbing composition containing the same; and a laminate furnished with a layer containing the near-infrared absorbing composition. In one embodiment, there is provided laminated glass (10) comprising a pair of translucent base plates (1) and, interposed therebetween, intermediate film (2). This intermediate film (2) is composed of a near-infrared absorbing composition comprising a synthetic resin as well as a near-infrared absorbing material comprising (I) phosphoric ester compound having a C₁₂-C₂₄ alkenyl, (II) phosphoric ester compound having an alkyl, or a monovalent group having an ether bond and/or ester bond and (III) copper ions.

(57) 要約: 本発明は、合わせガラスに対して、近赤外光を遮断する特性のみならず、優れた耐光性をも付与できる近赤外光吸収材料、これを含む近赤外光吸収性組成物、及び、この近赤外光吸収性組成物を含む層を備える積層体を提供することを目的とする。本発明の一実施形態である合わせガラス 10 は、一対の透光性基板 1 の間に、中間膜 2 が配置された構造を有している。この中間膜 2 は、(I): 炭素数 12 ~ 24 のアルケニル基を有するリン酸エステル化合物、(II): アルキル基、或いは、エーテル結合及び/又はエステル結合を有する 1 価の基を有しているリン酸エステル化合物、並びに、(III): 銅イオンを含有する近赤外光吸収材料と、合成樹脂とを含有する近赤外光吸収性組成物から構成されるものである。



DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

近赤外光吸収材料、近赤外光吸収性組成物及び積層体

技術分野

[0001] 本発明は、近赤外光吸収材料及びこれを含む近赤外光吸収性組成物、並びにこれらを含む近赤外光吸収層を有する積層体に関する。

背景技術

[0002] 窓材等に用いるための光学部材としては、ガラス等からなる一対の透光性基板の間に、ポリビニルアセタール樹脂やアクリル樹脂等からなる中間膜を挟んだ構造の合わせガラスが知られている。このような合わせガラスは、高強度、高耐久性等の優れた特性を有していることから頻繁に用いられている。

[0003] 近年、これらの合わせガラスには、赤外線又はその近傍領域の波長の光線（以下、「近赤外光」という）を遮断し得る特性が求められている。かかる特性を有する合わせガラスを窓材や壁材等に適用すれば、例えば太陽光における上記領域の波長を有する光線、すなわち熱線の室内への侵入を抑制することができる。これにより、室内が過度に高温となることを抑制して室内環境を快適に保つことができるようになり、しかも冷房等にかかるコストを低減することも可能となる。

[0004] 近赤外光を遮断できる合わせガラスとしては、中間膜として近赤外光を吸収する特性を有する層（近赤外光吸収層）を有しているものが知られている（例えば、特許文献1～3参照）。このような中間膜は、例えば、樹脂材料に近赤外光を吸収する特性を有する材料（近赤外光吸収材料）を分散させた組成物によって形成することができる。

特許文献1:特開平9－211220号公報

特許文献2:特開平7－101756号公報

特許文献3:特開2002－293583号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] ところで、上述した構成を有する合わせガラスには、近赤外光を遮断する特性のほ

か、耐光性にも優れるという特性を有していることが求められる。すなわち、太陽光等に長時間晒されても、中間膜に濁り等が生じ難いという特性を有していることが望ましい。このような特性を有する合わせガラスは、長期間使用したとしても高い透光性を維持できるため、極めて実用性の高いものとなる。

[0006] 本発明はこのような事情にかんがみてなされたものであり、合わせガラスに対して、近赤外光を遮断する特性のみならず、優れた耐光性をも付与できる近赤外光吸収材料、これを含む近赤外光吸収性組成物、及び、これらを含む近赤外光吸収層を備える積層体を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 上記目的を達成するため、本発明者らは鋭意研究を行った結果、リン原子を含有する化合物と銅イオンとを含む近赤外光吸収材料において、リン含有化合物として、特定の官能基を有する2種以上の化合物を用いることにより、長時間太陽光等に晒されても近赤外光遮断特性の低下が少なく、しかも高い透光性を有する中間膜を提供できるようになることを見出し、本発明に到達した。

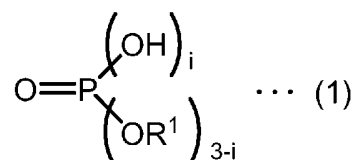
[0008] すなわち、本発明の近赤外光吸収材料は、(I)、(II) 及び (III) を含有することを特徴とする。

(I): 下記一般式(1)で表されるリン酸エステル化合物

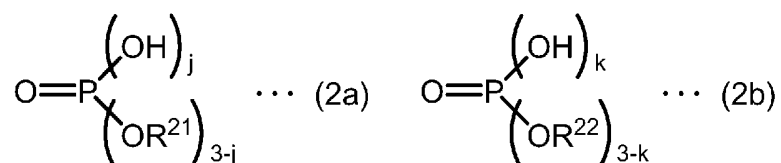
(II): 下記一般式(2a)で表されるリン酸エステル化合物、及び／又は、下記一般式(2b)で表されるリン酸エステル化合物

(III): 銅イオン

[化1]



[化2]



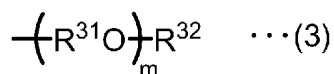
[式中、 R^1 は炭素数12～24のアルケニル基、 R^{21} は炭素数1～15の鎖状又は環状アルキル基、 R^{22} はエーテル結合及び／又はエステル結合を有する1価の有機基を示し、 i 、 j 及び k はそれぞれ独立に1又は2である。]

[0009] このように、本発明の近赤外光吸収材料は、リン含有化合物として、炭素数12～24のアルケニル基を有するリン酸エステル化合物と、アルキル基、或いは、エーテル結合及び／又はエステル結合を有する1価の有機基を有するリン酸エステル化合物とを組み合わせ含有している。このような組み合わせのリン酸エステル化合物を含む近赤外光吸収材料によれば、近赤外光吸収性が高いだけでなく、耐光性にも優れる合わせガラスの中間膜が得られるようになる。これは、リン酸エステル化合物を上記した組み合わせとすることによって、これらを含む近赤外光吸収材料が、樹脂材料に対して溶解及び／又は分散され易くなること、或いは太陽光等に対して分解され難くなること等に起因するものと考えられる。

[0010] 上記本発明の近赤外光吸収材料において、上記 R^1 はオレイル基であると好ましい。(I)の成分としてオレイル基を有するリン酸エステル化合物を含む近赤外光吸収材料は、合わせガラスの中間膜に用いた場合に、より優れた近赤外光吸収性及び耐光性を発揮し得る。

[0011] また、上記本発明の近赤外光吸収材料において、(II)の化合物のうち、上記一般式(2b)で表されるリン酸エステル化合物は、 R^{22} で表される基として、下記一般式(3)で表される1価の基を有するものであると好ましい。こうすれば、合わせガラスの中間膜の耐光性を更に向上できる。

[化3]



[式中、 R^{31} は炭素数2～4のアルキレン基、 R^{32} は炭素数1～12のアルキル基又は炭

素数2～5のアシル基を示し、mは1～6の整数である。]

[0012] また、上記本発明の近赤外光吸収材料において、上記(II)は、上記一般式(2a)で表されるリン酸エステル化合物であり、且つ、当該化合物における R^{21} が、炭素数8のアルキル基であるとより好ましい。このようなリン酸エステル化合物とオレイル基を有するリン酸エステル化合物とを組み合わせることで、更に優れた近赤外光吸収特性及び耐光性を有する合わせガラスを得ることが可能となる。

[0013] また、本発明の近赤外光吸収性組成物は、上記本発明の近赤外光吸収材料と、合成樹脂とを含有することを特徴とする。このような近赤外光吸収性組成物においては、上述の如く、合成樹脂(樹脂材料)に、近赤外光吸収材料が良好に溶解及び／又は分散されているため、かかる組成物からなる合わせガラスの中間膜等は、長時間太陽光に晒されても透光性の変化を生じることが極めて少ない。よって、このような中間膜を備える合わせガラスは、優れた近赤外光遮断特性を有するとともに、優れた耐光性を有するものとなる。

[0014] 本発明はまた、透光性基板と、この透光性基板上に設けられた上記本発明の近赤外光吸収性組成物からなる近赤外光吸収層とを備える積層体を提供する。かかる積層体は、上記本発明の近赤外光吸収性組成物からなる近赤外光吸収層を備えていることから、近赤外光を遮断する特性に優れるのみならず、耐光性にも優れるという特性を有している。また、この積層体を、一対の透光性基板で近赤外光吸収層を挟む構成とすれば、近赤外光遮断特性及び耐光性の両方に優れる合わせガラスを得ることができる。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、合わせガラスに対して、近赤外光を遮断する特性のみならず、優れた耐光性をも付与できる近赤外光吸収材料、これを含む近赤外光吸収性組成物、及び、これらを含む近赤外光吸収層を備える積層体を提供することが可能となる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]好適な実施形態に係る合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。

[図2]反射層を有する合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。

[図3]透光性基板間に設けられた複数の層間に反射層を有する合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。

符号の説明

[0017] 1…透光性基板、2…中間膜、10…合わせガラス、20…合わせガラス、21…透光性基板、22…近赤外光吸収層、23…反射層、30…合わせガラス、31…透光性基板、32…近赤外光吸収層、33…反射層、34…樹脂層。

発明を実施するための最良の形態

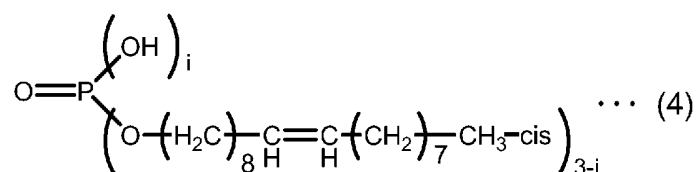
[0018] 以下、本発明の好適な実施の形態について、場合により図面を参照して説明する。

[0019] (近赤外光吸収材料)

まず、好適な実施形態に係る近赤外光吸収材料について説明する。近赤外光吸収材料は、上記(I)、(II)及び(III)を含有するものである。(I)の成分は、上記一般式(1)で表されるリン酸エステル化合物であり、 R^1 で表される基として炭素数12～24のアルケニル基を有している。このアルケニル基は、構造中に少なくとも一つの不飽和結合を有している。 R^1 で表される基としては、炭素数14～24のアルケニル基がより好ましく、炭素数16～22のアルケニル基が更に好ましい。例えば、 R^1 で表される基としては、オレイル基、trans-9-オクタデセニル基、cis, cis-9, 12-オクタデセニル基、cis-9-テトラデセニル基、cis-11-テトラデセニル基、cis-8-ドデセニル基、cis-13-ドコセニル基等が挙げられる。なお、上記一般式(1)で表されるリン酸エステル化合物は、 i が1であるリン酸モノエステル化合物と、 i が2であるリン酸ジエステルとの混合物であってもよい。

[0020] なかでも、 R^1 で表される基としては、オレイル基が好ましい。このような化合物は、下記一般式(4)で表すことができる。式中、 i は上記と同義である。

[化4]

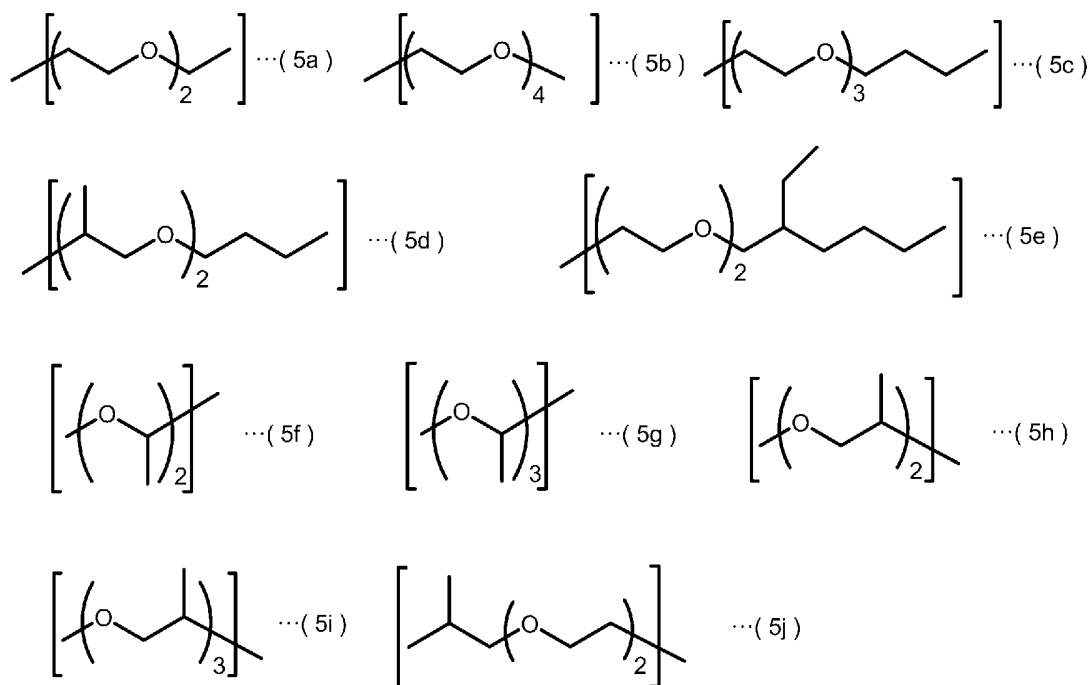


[0021] (II)の成分は、上記一般式(2a)で表されるリン酸エステル化合物、及び／又は、上

記一般式(2b)で表されるリン酸エステル化合物である。近赤外光吸収材料は、これらの化合物をそれぞれ単独で含有していてもよく、組み合わせて含有していてもよい。また、上記一般式(2a)で表されるリン酸エステル化合物及び上記一般式(2b)で表されるリン酸エステル化合物は、j又はkが1であるリン酸モノエステル化合物と、j又はkが2であるリン酸ジエステルとの混合物であつてもよい。

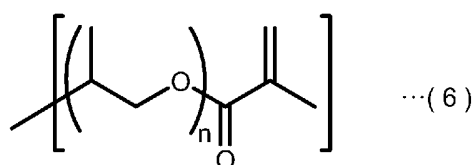
- [0022] 上記一般式(2a)で表されるリン酸エステル化合物は、 R^{21} で表される基としてアルキル基を有している。アルキル基としては、炭素数1～15のアルキル基が好ましく、炭素数4～12のアルキル基がより好ましく、炭素数8のアルキル基が更に好ましい。より具体的には、アルキル基としては、n-ブチル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、2-エチルヘキシル基、n-デシル基、n-ドデシル基等が挙げられ、なかでも、2-エチルヘキシル基が好ましい。
- [0023] 上記一般式(2b)で表される化合物は、 R^{22} で表される基として、エーテル結合及び／又はエステル結合を含む1価の有機基を有している。このような有機基は、エーテル結合及びエステル結合のいずれか一方を有するものであつてもよく、両方を有するものであつてもよい。
- [0024] エーテル結合を有する1価の基としては、上記一般式(3)で表される基が挙げられる。一般式(3)で表される基において、 R^{31} は炭素数2～3のアルキレン基であると好ましい。また、mは1～4の整数であると好ましく、1～3の整数であるとより好ましい。さらに、 R^{32} は、アルキル基としては炭素数1～10のアルキル基が好ましく、炭素数1～8のアルキル基がより好ましく、アシル基としては(メタ)アクリル基が好ましい。ここで、(メタ)アクリル基とは、アクリル基又はメタクリル基を示すものとする。
- [0025] 上記一般式(3)で表される基のうち R^{32} がアルキル基であるものとしては、例えば、下記化学式(5a)～(5j)で表される基が挙げられる。

[化5]



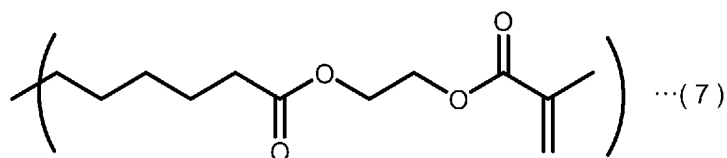
[0026] また、上記一般式(3)で表される基のうち、 R^{32} がアシル基であるものとしては、例えば、下記一般式(6)で表される基が挙げられる。なお、下記式中、 n は5又は6である。

[化6]



[0027] 一方、 R^{22} で表される基である、エステル結合を有する1価の基としては、分子鎖中にエステル基を有しており、且つ末端に(メタ)アクリル基を有している基が挙げられ、具体的には、下記化学式(7)で表される基が例示できる。

[化7]



[0028] なお、上述した(I)及び(II)のリン酸エステル化合物は、例えば、(1)上記 R^1 、 R^{21} 又

は R^{22} で表される構造の末端にヒドロキシル基を有するヒドロキシル化合物(アルコール)と五酸化リンとを反応させる方法、(2) 上記ヒドロキシル化合物とオキシハロゲン化リンを反応させた後、加水分解する方法、(3) 上記ヒドロキシル化合物と三ハロゲン化リンとを反応させてホスホン酸エステル化合物を合成した後、得られたホスホン酸エステル化合物を酸化する方法等によって合成することができる。これらの反応はいずれも無溶媒又は所定の有機溶媒の存在下で行うことができる。また、これらの方法を適宜選択し、さらに反応条件を適宜変更することによって、モノエステル体とジエステル体との混合比率を制御することもできる。

[0029] (III)の成分は、2価の銅イオンである。銅イオンを供給するための銅塩の具体例としては、酢酸銅、蟻酸銅、ステアリン酸銅、安息香酸銅、エチルアセト酢酸銅、ピロリン酸銅、ナフテン酸銅、クエン酸銅等の有機酸の銅塩無水物、水和物若しくは水化物、或いは、塩化銅、硫酸銅、硝酸銅、塩基性炭酸銅等の無機酸の銅塩の無水物、水和物若しくは水化物、又は、水酸化銅が挙げられる。これらのなかでは、酢酸銅、酢酸銅一水和物、安息香酸銅、水酸化銅、塩基性炭酸銅が好ましく用いられる。なお、銅イオン源であるこれらの銅塩は、単独で用いてもよく、複数組み合わせ用いてもよい。

[0030] 実施形態の近赤外光吸収材料は、上述したように、(I)、(II)及び(III)の各成分を必須成分として含むものであるが、当該材料においては、(I)、(II)及び(III)の各成分は単に混合物として存在していてもよく、(I)のリン酸エステル化合物及び(II)のリン酸エステル化合物が2価の銅イオンと反応してリン酸エステル銅化合物を形成した状態で存在していてもよい。

[0031] 後者の場合、リン酸エステル銅化合物は、各リン酸エステル化合物におけるリン酸基と銅イオンとがイオン結合及び／又は配位結合することにより生じたものであると好ましい。このようなリン酸エステル銅化合物は、(I)及び(II)のリン酸エステルを混合した後、この混合物と銅イオンとを反応させることによって調製されたものでもよく、まず各リン酸エステル化合物と銅イオンと反応させてそれぞれのリン酸エステル化合物に対応するリン酸エステル銅化合物を得た後に、これらを混合することによって調製されたものでもよい。

[0032] また、近赤外光吸収材料において、(I)のリン酸エステル化合物の含有量は、(I)及び(II)のリン酸エステル化合物の合計量に対して、10質量%以上であると好ましく、15～99質量%であるとより好ましく、20～90質量%であると更に好ましい。(I)のリン酸エステル化合物の含有量が10質量%未満であると、近赤外光吸収材料の樹脂成分への溶解及び／又は分散性が低下する傾向にあり、その結果、かかる材料を用いる合わせガラスの耐光性が不十分となる場合がある。

[0033] さらに、銅イオンと(I)及び(II)のリン酸エステル化合物の含有量の割合は、これらのリン酸エステル化合物が水酸基又は水酸基由来の酸素原子を有している場合、(水酸基又は酸素原子の合計量)／Cuが、モル比で、好ましくは1～6、より好ましくは1～4、更に好ましくは1.5～2.5となる割合であると好ましい。この比率が1未満であると、近赤外光吸収材料の溶解及び／又は分散性が低下し、近赤外光吸収性能や透光性が低下する傾向にある。一方、6を超えると、銅イオンとの配位結合又はイオン結合に関与しない水酸基の量が過大となり、吸湿性が大きくなりすぎる傾向にある。

[0034] なお、近赤外光吸収材料は、銅イオン以外の他の金属イオンを含有するものであってもよい。このような他の金属イオンとしては、希土類金属、ナトリウム、カリウム、リチウム、カルシウム、ストロンチウム、鉄、マンガン、マグネシウム、ニッケル、クロム、インジウム、チタン、アンチモン、スズ等の金属によるイオンが挙げられる。希土類金属としては、ネオジム、プラセオジム及びホルミウム等が例示できる。かかる希土類金属は、希土類イオンのf軌道の電子遷移によって特定波長光(波長580nm近傍や波長520nm近傍)に対する吸収特性に優れており、これらの波長域は人間の眼球の視細胞が有する最大応答波長と合致することから、上述の材料に防眩性を付与することができる。

[0035] (近赤外光吸収性組成物)

好適な実施形態に係る近赤外光吸収性組成物は、上述した近赤外光吸収材料と合成樹脂とを含有しており、合成樹脂中に近赤外光吸収材料が溶解及び／又は分散してなるものである。合成樹脂としては、上記近赤外光吸収材料の分散性に優れており、しかも可視光を透過する性質に優れているものが好ましい。このような合成樹脂

脂としては、例えば、ポリビニルアセタール樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体(EVA)、(メタ)アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリオレフィン樹脂、ポリカーボネート樹脂、ノルボルネン樹脂等が挙げられる。

[0036] これらの合成樹脂のなかでも、ポリビニルアセタール樹脂が好ましく、特にポリビニルブチラール(PVB)が好ましい。かかる樹脂は、後述する積層体における透光性基板に対する接着性に優れるほか、柔軟であり、しかも温度に依存して変形し難いという特性を有している。このため、ポリビニルアセタール樹脂を用いることにより、積層体を製造する際の成形加工が容易となる。また、得られる中間膜の透明性、耐候性、ガラスに対する接着性等が優れるようになる。さらに、ポリビニルアセタール樹脂は、上述した近赤外光吸収材料を特に溶解及び／又は分散し易いという特性も有している。このため、上記近赤外光吸収材料とポリビニルアセタール樹脂との組み合わせによれば、優れた透光性及び耐光性を有する合わせガラスが得られるようになる。

[0037] ポリビニルアセタール樹脂は、必要な物性に応じて、適当な組み合わせにてブレンドされたものであってもよく、アセタール化時にアルデヒドを組み合わせアセタール化することにより得られるポリビニルアセタール樹脂であってもよい。上記ポリビニルアセタール樹脂の分子量、分子量分布及びアセタール化度は特に限定されないが、アセタール化度は、一般に40～85%であり、その好ましい下限は60%、上限は75%である。

[0038] ポリビニルアセタール樹脂は、ポリビニルアルコール樹脂をアルデヒドによりアセタール化することにより得ることができる。上記ポリビニルアルコール樹脂は、一般にポリ酢酸ビニルを鹼化することにより得られるものであり、鹼化度80～99.8モル%のポリビニルアルコール樹脂が一般的に用いられる。上記ポリビニルアルコール樹脂の粘度平均重合度は好ましい下限は200、上限は3000である。200未満であると、得られる合わせガラスの耐貫通性が低下する。3000を超えると、樹脂膜の成形性が悪くなり、しかも樹脂膜の剛性が大きくなり過ぎ、加工性が悪くなる。より好ましい下限は500、上限は2000である。なお、ポリビニルアルコール樹脂の粘度平均重合度、及び鹼化度は、例えば、JIS K 6726「ポリビニルアルコール試験方法」に基づいて測定することができる。

- [0039] アルデヒドとしては特に限定されず、例えば、炭素数が1～10のアルデヒド等が挙げられ、より具体的には、例えば、*n*-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒド、2-エチルブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-オクチルアルデヒド、*n*-ノニルアルデヒド、*n*-デシルアルデヒド、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、ベンズアルデヒド等が挙げられる。なかでも、*n*-ブチルアルデヒド、*n*-ヘキシルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒド等が好ましい。より好ましくは、炭素数が4のブチルアルデヒドである。
- [0040] このような構成を有する近赤外光吸収性組成物は、合成樹脂中に直接近赤外光吸収材料を溶解及び／又は分散させる方法や、合成樹脂の単量体中に近赤外光吸収材料を溶解及び／又は分散させた後、この単量体を重合させる方法等によって調製することができる。
- [0041] 前者の方法は、例えば、合成樹脂が熱可塑性を有するものである場合に有効である。具体的には、合成樹脂を加熱溶融した後、近赤外光吸収材料を混練する方法や、合成樹脂を溶媒に溶解及び／又は分散させた後、この溶液中に近赤外光吸収材料を添加・混合した後、溶媒を除去する方法によって実施することができる。
- [0042] また、後者の方法は、合成樹脂が熱硬化性を有するものである場合に有効である。重合方法としては、ラジカル重合が一般的であり、この場合、近赤外光吸収性材料と合成樹脂の単量体からなる混合物中に、更に重合開始剤を含有させてもよい。なお、このような重合反応は、単量体と近赤外光吸収材料を混合した後すぐを実施する必要はなく、例えば、後述するように、所定の基材上に塗布した後に実施することもできる。
- [0043] さらに、近赤外光吸収性組成物は、上述した近赤外光吸収材料及び合成樹脂のほか、合成樹脂との相溶性に優れる可塑剤を含有していると好ましい。可塑剤を含有していると、近赤外光吸収材料の合成樹脂への溶解及び／又は分散性が更に高められ、耐光性を一層向上させることができる。このような可塑剤としては、中間膜用に一般的に用いられている公知の可塑剤が挙げられ、例えば、リン酸エステル系可塑剤、フタル酸系可塑剤、脂肪酸系可塑剤、グリコール系可塑剤等が例示できる。
- [0044] より具体的には、例えば、一塩基性有機酸エステル、多塩基性有機酸エステル等

の有機系可塑剤;有機リン酸系、有機亜リン酸系等のリン酸系可塑剤等が好適に用いられる。これらの可塑剤は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよく、樹脂の種類に応じて相溶性等を考慮して使い分けられる。

- [0045] 一塩基性有機酸エステルとしては、例えば、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール又はトリプロピレングリコール等のグリコールと、酪酸、イソ酪酸、カプロン酸、2-エチル酪酸、ヘプタン酸、n-オクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ペラルゴン酸(n-ノニル酸)又はデシル酸等の一塩基性有機酸との反応によって得られるグリコール系エステル等が挙げられる。より具体的には、トリエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(3GO)、トリエチレングリコールジ-2エチルブチレート(3GH)、ジヘキシルアジペート(DHA)、テトラエチレングリコールジヘプタノエート(4G7)、テトラエチレングリコールジ-2-エチルヘキサノエート(4GO)、トリエチレングリコールジヘプタノエート(3G7)等が例示できる。なかでも、3GO、3GH、3G7等が好ましい。
- [0046] 多塩基性有機酸エステルとしては特に限定されず、例えば、アジピン酸、セバシン酸又はアゼライン酸等の多塩基性有機酸と、炭素数4~8の直鎖状又は分枝状アルコールとの反応によって得られるエステル等が挙げられる。例えば、ジブチルセバシン酸エステル、ジオクチルアゼライン酸エステル、ジブチルカルビトールアジピン酸エステル等が好適である。
- [0047] 有機リン酸系可塑剤としては、例えば、トリブトキシエチルホスフェート、イソデシルフェニルホスフェート、トリイソプロピルホスフェート等が挙げられる。
- [0048] 組成物における可塑剤の含有量は、樹脂材料100質量部に対して、1~120質量部とすることが好ましく、1~100質量部とすることがより好ましく、2~80質量部とすることが更に好ましい。可塑剤の含有量が、樹脂材料100質量部に対して1質量部未満であると、銅イオンやリン含有化合物の溶解性が低下して透光性が不十分となる場合がある。一方、100質量部を超えると基材である樹脂材料が柔軟になり過ぎ、例えば合わせガラスにおける中間膜としての使用が困難となる傾向にある。
- [0049] また、近赤外光吸収性組成物は、接着力調整剤が含有されていてもよい。なお、接着力調整剤は、後述する中間膜(近赤外光吸収層)の表面に塗布されてもよい。接

着力調整剤としては、例えば、有機酸又は無機酸のアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩、変成シリコーンオイル等が挙げられる。上記有機酸としては特に限定されず、例えば、オクタン酸、ヘキサン酸、酪酸、酢酸、蟻酸等のカルボン酸等が挙げられる。上記無機酸としては特に限定されず、例えば、塩酸、硝酸等が挙げられる。上記アルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩としては特に限定されず、例えば、カリウム、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム等の塩が挙げられる。

[0050] 上記有機酸又は無機酸のアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩のなかでも、炭素数2～16の有機酸のアルカリ金属塩及びアルカリ土類金属塩が好ましく、より好ましくは、炭素数2～16のカルボン酸のカリウム塩及びマグネシウム塩である。

[0051] 上記炭素数2～16のカルボン酸のカリウム塩及びマグネシウム塩としては特に限定されないが、例えば、酢酸マグネシウム、酢酸カリウム、プロピオン酸マグネシウム、プロピオン酸カリウム、2-エチルブタン酸マグネシウム、2-エチルブタン酸カリウム、2-エチルヘキサン酸マグネシウム、2-エチルヘキサン酸カリウム等が好適である。これらは単独で用いられてもよく、2種以上が供用されてもよい。

[0052] 上記有機酸又は無機酸のアルカリ金属塩又はアルカリ土類金属塩の配合量の好ましい下限は、樹脂100重量部に対して0.001重量部、上限は0.5重量部である。0.001重量部未満であると、高湿度雰囲気下で周辺部の接着力が低下することがある。0.5重量部を超えると、膜の透明性が失われることがある。より好ましい下限は0.01重量部、上限は0.2重量部である。

[0053] 変成シリコーンオイルとしては、例えば、エポキシ変成シリコーンオイル、エーテル変性シリコーンオイル、エステル変性シリコーンオイル、アミン変性シリコーンオイル、カルボキシル変性シリコーンオイル等が挙げられる。これらは、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。なお、これらの変性シリコーンオイルは、一般にポリシロキサンに、変性させるべき化合物を反応させることにより得られる。

[0054] 変性シリコーンオイルの分子量の好ましい下限は800、上限は5000である。800未満であると、表面への局在化が不十分なことがある。5000を超えると、樹脂との相溶性が低下し、膜表面にブリードアウトしてガラスとの接着力が低下することがある。より好ましい下限は1500、上限は4000である。

- [0055] 変性シリコンオイルの配合量の好ましい下限は、樹脂100重量部に対して0.01重量部、上限は0.2重量部である。0.01重量部未満であると、吸湿による白化を防止する効果が不十分となることがある。0.2重量部を超えると、樹脂との相溶性が低下し、膜表面にブリードアウトして樹脂とガラスとの接着力が低下することがある。より好ましい下限は0.03重量部、上限は0.1重量部である。
- [0056] 近赤外光吸収性組成物は、上記可塑剤や接着力調整剤のほか、他の添加剤を含有していてもよい。このような添加剤としては、例えば、色調を調整するための成分、物性を調整するための成分、重合性組成物を重合した後の重合体を安定化するための成分、後述する積層体を形成させる際に透光性基板との密着性を向上するための成分等が挙げられる。その他、必要に応じて、押出機中での熱による変質を防止するための酸化防止剤、界面活性剤、難燃剤、帯電防止剤、耐湿剤等の添加剤が添加されていてもよい。
- [0057] 例えば、色調を調整するための成分としては、染料、顔料、金属化合物等が挙げられる。また、物性を調整するための成分としては、スチレン、ブタジエン、酢酸ビニル等の α 、 β -不飽和結合を有する(メタ)アクリル系モノマー、(メタ)アクリル系の樹脂と相溶性に優れるオリゴマーやポリマー等が挙げられる。
- [0058] さらに、重合性組成物を安定化するための成分としては、光安定剤、熱安定剤、抗酸化剤、紫外線吸収剤等が挙げられる。またさらに、透光性基板との密着性を向上するための成分としては、例えば、透光性基板としてガラス基板を用いる場合、ビニルシラン、アクリルシラン、エポキシシラン等のシランカップリング剤等のカップリング剤が例示できる。
- [0059] 紫外光吸収剤としては、ベンゾエート系化合物、サリシレート系化合物、ベンゾフェノン系化合物、ベンゾトリアゾール系化合物、シアノアクリレート系化合物、シュウ酸アニリド系化合物、トリアジン系化合物等が挙げられる。
- [0060] より具体的には、ベンゾエート系化合物としては、2,4-ジ-*t*-ブチルフェニル-3',5'-ジ-*t*-ブチル-4'-ヒドロキシベンゾエート等が挙げられる。サリシレート系化合物としては、フェニルサリシレートや*p*-*t*-ブチルフェニルサリシレートが挙げられる。

- [0061] ベンゾフェノン系化合物としては、2, 4-ジ-ヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸、2-ヒドロキシ-4-n-オクチルオキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-n-ドデシルオキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロベンゾフェノン、ビス(5-ベンゾイル-4-ヒドロキシ-2-メトキシフェニル)メタン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン-5, 5'-ジスルホン酸ナトリウム、2, 2'-ジヒドロキシ-5-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メタクリロイルオキシエチルベンゾフェノン、4-ベンゾイルオキシ-2-ヒドロキシベンゾフェノン、2, 2', 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン等が挙げられる。
- [0062] ベンゾトリアゾール系化合物としては、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-t-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-t-ブチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-t-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5-t-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-[2'-ヒドロキシ-3'-(3'', 4'', 5'', 6''-テトラヒドロフタリミドメチル)-5'-メチルフェニル]ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-t-アミルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-5-t-オクチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-[2'-ヒドロキシ-3', 5'-ビス(α , α -ジメトキシベンゾイル)フェニル]ベンゾトリアゾール、2, 2'-メチレンビス[4-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)-6-(2N-ベンゾトリアゾール-2-イル)フェノール]、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メタクリロイルオキシエチルフェニル)-2H-ベンゾトリアゾール、2-(2'-ヒドロキシ-3'-ドデシル-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、メチル-3-[3-t-ブチル-5-(2H-ベンゾトリアゾール-2-イル)-4-ヒドロキシフェニル]プロピオネートとポリエチレングリコールとの縮合物等が挙げられる。
- [0063] シアノアクリレート系化合物としては、エチル-2-シアノ-3, 3-ジフェニルアクリレートやオクチル-2-シアノ-3, 3-ジフェニルアクリレートが挙げられ、シュウ酸ア

ニリド系化合物としては、2-エトキシ-2'-エチルオキサリク酸ビスアニリドや2-エトキシ-5-*t*-ブチル-2'-エチルオキサリク酸ビスアニリドが挙げられる。また、トリアジン系化合物としては、2-(4,6-ジフェニル-1,3,5-トリアジン-2-イル)-5-[(ヘキシル)オキシ]-フェノールが挙げられる。

[0064] また、光安定剤としては、ヒンダードアミン系光安定剤(HALS)や、Ni系化合物を適用可能である。特に、上述した紫外光吸収剤とこれらの光安定剤を併用すると、光に対する安定性が極めて良好となる傾向にある。

[0065] より具体的には、HALSとしては、ビス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)セバケート、ビス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)セバケート、1-[2-[3-(3,5-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ]エチル]-4-[3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオニルオキシ]-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン、4-ベンゾイルオキシ-2,2,6,6-テトラメチルピペリジン、8-アセチル-3-ドデシル-7,7,9,9-テトラメチル-1,3,8-トリアザスピロ[4,5]デカン-2,4-ジオン、ビス-(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)-2-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)-2-*n*-ブチルマロネート、テトラキス(1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル)-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、テトラキス(2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル)-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、(Mixed 1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル/トリデシル)-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、Mixed {1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジル/ β , β , β' , β' -テトラメチル-3,9-[2,4,8,10-テトラオキサスピロ(5,5)ウンデカン]ジエチル}-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、(Mixed 2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル/トリデシル)-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、Mixed {2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジル/ β , β , β' , β' -テトラメチル-3,9-[2,4,8,10-テトラオキサスピロ(5,5)ウンデカン]ジエチル}-1,2,3,4-ブタンテトラカルボキシレート、2,2,6,6-テトラメチル-4-ピペリジルメタクリレート、1,2,2,6,6-ペンタメチル-4-ピペリジルメタクリレート、ポリ[(6-(1,1,3,3-テトラメチルブチル)イミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジイル)][(2,2,6,6-テトラメチル

ル-4-ピペリジル)イミノ]ヘキサメチレン[(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル)イミノール]、ジメチルサシネートポリマー-with-4-ヒドロキシ-2, 2, 6, 6-テトラメチル-1-ピペリジリエタノール、N, N', N'', N'''-テトラキス-(4, 6-ビス-(ブチル-(N-メチル-2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジン-4-イル)アミノ)-トリアジン-2-イル)-4, 7-ジアザデカン-1, 10-ジアミン、ジブチルアミン-1, 3, 5-トリアジン-N, N'-ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ピペリジル-1, 6-ヘキサメチレンジアミンとN-(2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジル)ブチルアミンの重縮合物、デカン二酸ビス(2, 2, 6, 6-テトラメチル-1-(オクチルオキシ)-4-ピペリジニル)エステル等が挙げられる。

[0066] また、Ni系の光安定剤としては、[2, 2'-チオ-ビス(4-t-オクチルフェノレート)]-2-エチルヘキシルアミン-ニッケル(II)、ニッケルジブチルジチオカーボネート、[2, 2'-チオ-ビス(4-t-オクチルフェノレート)]-ブチルアミン-ニッケル(II)等が挙げられる。

[0067] 近赤外光吸収性組成物中の近赤外光吸収材料の含有量は、近赤外光吸収性組成物の総量に対して、0.5~45質量%であると好ましく、1~40質量%であるとより好ましく、1~35質量%であると更に好ましい。この近赤外光吸収材料の含有量が0.5質量%未満であると、当該組成物を用いて得られる合わせガラスの近赤外光遮断特性が低下する傾向にある。一方、この含有量が45質量%を超えると、近赤外光吸収材料が合成樹脂中に十分に溶解し難くなり、当該組成物を用いて得られる合わせガラスの透光性が低下する傾向にある。

[0068] (光学部材)

上述した近赤外光吸収性組成物を用いることにより、近赤外光を遮断する特性に優れる光学部材を得ることができる。このような光学部材としては、以下に示す第1及び第2の形態が挙げられる。

第1の形態:近赤外光吸収性組成物を加工して得られるシート状成形物。

第2の形態:透光性基板と、この透光性基板に隣接して設けられた近赤外光吸収組成物からなる近赤外光吸収層とを有する積層体。

[0069] まず、第1の形態について説明する。第1の形態の光学部材は、上述した近赤外光

吸収性組成物からなるシート状の成形物であり、具体的には、シートやフィルムが挙げられる。ここで、シートとは、 $250\mu\text{m}$ を超える厚さを有する薄板状のものである。また、フィルムとは、厚さ $5\sim 250\mu\text{m}$ の薄い膜状のものである。これらのシート又はフィルムは、公知のシート又はフィルム形成方法を用いて作製可能である。かかるシート又はフィルム形成方法としては、溶融押出成形法、延伸成形法、カレンダー成形法、プレス成形法、溶液キャスト法等が挙げられる。

[0070] 次に、第2の形態について説明する。第2の形態の光学部材は、透光性基板と、この透光性基板に隣接して設けられた近赤外光吸収組成物からなる近赤外光吸収層とを有する積層体である。

[0071] 透光性基板を構成する材料は、可視光透過性を有する透光性材料であれば特に限定されず、光学部材の用途に応じて適宜選択可能である。良好な硬度、耐熱性、耐薬品性、耐久性等を得る観点からは、ガラスやプラスチックが好適に使用される。ガラスとしては、無機ガラス、有機ガラス等が挙げられる。プラスチックとしては、例えば、ポリカーボネート、アクリロニトリルスチレン共重合体、ポリメチルメタクリレート、塩化ビニル樹脂、ポリスチレン、ポリエステル、ポリオレフィン、ノルボルネン樹脂等が例示できる。なお、透光性基板が複数存在する場合には、各基板は、同じ種類の材料で構成されたものであってもよく、異なる材料で構成されたものであってもよい。

[0072] このような積層体は、例えば、上述した第1の形態の光学部材と同様のシートやフィルムを形成した後、このシート等と透光性基板とを張り合わせることによって製造することができる。これらを張り合わせる方法としては、プレス法、マルチロール法、減圧法等の加圧又は減圧により接着する手段、オートクレーブ等を用いて加熱することにより接着する手段、又は、これらを組み合わせた手段を用いることができる。

[0073] また、積層体の製造方法としては、予め形成したシートを張り合わせる方法以外に、透光性基材上に、近赤外光吸収層を直接形成する方法も適用できる。かかる方法としては、例えば、上述した近赤外光吸収性組成物を適宜の溶媒に溶解及び／又は分散させてコーティング剤とし、この溶液を透光性基板に塗布した後、溶媒を蒸発することによって、透光性基材上に、近赤外光吸収組成物からなる薄膜、被覆物又は薄層を形成する方法が例示できる。こうして形成された薄膜等は、コーティングを

呼ばれるものである。このような方法を用いて近赤外光吸収層を形成する場合には、当該層の平坦性を高める目的で、レベリング剤、消泡剤といった各種の界面活性剤等の溶解補助剤を、上述したコーティング剤中に添加してもよい。

- [0074] さらに、透光性基材上に近赤外光吸収層を直接形成する他の方法としては、合成樹脂の単量体に近赤外光吸収材料を溶解及び／又は分散させた組成物を調製し、この組成物を透光性基材上に塗布した後、当該基材の表面上で単量体の重合反応を生じさせる方法も挙げられる。この場合、上記組成物中には更に溶媒を添加してもよい。
- [0075] 第2の形態の光学部材、すなわち積層体は、上述したような透光性基板と近赤外光吸収層とを一層ずつ備えるものに限定されず、これらの層を複数備えるものであってもよい。具体的には、一对の透光性基板と、この透光性基板間に配置された上記近赤外光吸収性組成物からなる中間膜(近赤外光吸収層)とを備えるものが挙げられる。このような積層体は、いわゆる合わせガラスと呼ばれるものである。
- [0076] ここで、図1を参照して、好適な実施形態の合わせガラスについて説明する。
- [0077] 図1は、合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。図1に示される合わせガラス10は、一对の透光性基板1と、この一对の透光性基板1に挟持された中間膜2(近赤外光吸収層)とを備えるものである。中間膜2は、上記近赤外光吸収性組成物からなるものであり、透光性基板1としては、上述したのと同様のものが適用できる。
- [0078] かかる構造の合わせガラス10は、例えば、一組の透光性基板の間に、上述した近赤外光吸収性組成物からなるシート状成形物を挟み、これを予備圧着して各層間に残存した空気を除去した後、本圧着してこれらを密着させる方法によって製造することができる。
- [0079] なお、このような製造方法により合わせガラス10を製造する場合、中間膜2に、その保管時においてシート同士が合着して塊状となる、いわゆるブロッキング現象が生じていないことや、予備圧着における脱気性が良好であることが要求される。これらの要求を満たしている場合、透光性基材1とシートとを重ね合わせる際の作業性が良好となるほか、例えば脱気が不十分であるために生じた気泡等による透光性の低下を

防ぐことができる。

- [0080] このような合わせガラス10には、近赤外光を遮断する特性のほか、透光性、すなわち可視光領域の光を透過する特性に優れることが求められる。このように優れた透光性を得るためには、上述したように、透光性基板1と中間膜2との間に極力気泡を有していないことが好ましい。
- [0081] このように気泡を低減する手段の一つとして、表面にエンボスと呼ばれる多数の微小な凹凸を有している中間膜2を用いる方法が知られている。このようなエンボスが施された中間膜2によれば、上述した予備圧着工程等における脱気性が極めて良好となる。その結果、合わせガラス10は、気泡による透光性の低下が少ないものとなる。
- [0082] このようなエンボスの形態としては、例えば、多数の凸部とこれらの凸部に対する多数の凹部とからなる各種凸凹模様、多数の凸条とこれらの凸条に対する多数の凹溝とからなる各種の凸凹模様、粗さ、配置、大きさ等の種々の形状因子に関し多様な値を有するエンボス形状がある。
- [0083] これらのエンボスとしては、例えば、特開平6-198809号公報に記載された、凸部の大きさを変え、その大きさ、配置を規定したもの、特開平9-40444号公報に記載された、表面の粗さを20~50 μ mとしたもの、特開平9-295839号公報に記載された、凸条が交差するように配置されたもの、或いは、特開2003-48762号公報に記載された、主凸部の上に更に小さな凸部を形成されたものが挙げられる。また、エンボス形状を施す方法として、特表2003-528749には、樹脂成形時に発生するメルトフラクチャーを利用する方法、特表2002-505211、特表平9-502755には架橋PVB粒子や造核剤を用いる方法等が提案されている。
- [0084] また、近年合わせガラス10に求められる他の特性として、遮音性がある。遮音性が優れる合わせガラスによれば、例えば、窓材に用いた場合に、周囲の騒音等の影響を低減できるようになり、更に室内環境を向上させ得る。一般に、遮音性能は、周波数の変化に応じた透過損失量として示され、その透過損失量は、JISA 4708では、500Hz以上において遮音等級に応じてそれぞれ一定値で規定されている。
- [0085] ところが、合わせガラスの透光性基板として一般的に用いられるガラス板の遮音性能は、2000Hzを中心とする周波数領域ではコインシデンス効果により著しく低下す

る傾向にある。ここで、コインシデンス効果とは、ガラス板に音波が入射した時、ガラス板の剛性と慣性によって、ガラス板状を横波が伝播してこの横波と入射音とが共鳴し、その結果、音の透過が起こる現象をいう。よって、一般的な合わせガラスでは、2000Hzを中心とする周波数領域において、かかるコインシデンス効果による遮音性能の低下を避け難く、この点の改善が求められている。

[0086] これに関し、人間の聴覚は、等ラウドネス曲線から、1000～6000Hzの範囲では他の周波数領域に比べ非常に良い感度を示すことが知られている。従って、コインシデンス効果による上記遮音性能の落ち込みを解消することは、防音性能を高める上で重要となる。このような観点から、合わせガラス10の遮音性能を高めるには、上記コインシデンス効果による遮音性能の低下を緩和し、コインシデンス効果によって生じる透過損失の極小部の低下を防ぐ必要がある。

[0087] 合わせガラス10に遮音性を付与する方法としては、合わせガラス10の質量を増大させる方法、透光性基板1となるべきガラスを複合化する方法、このガラス面積を細分化する方法、ガラス板支持手段を改善する方法などがある。また、遮音性能は、中間膜2の動的粘弾性により左右され、特に貯蔵弾性率と損失弾性率との比である損失正接に影響されることがあることから、この値を制御することによっても合わせガラス10の遮音性能を高めることができる。

[0088] 後者のように損失正接の値を制御する手段としては、例えば、特定の重合度を有する樹脂膜を用いる方法、特開平4-2317443号公報に記載されるような樹脂の構造を規定する方法、特開2001-220183号公報に記載されるような樹脂中の可塑剤量を規定する方法等が挙げられる。また、異なる2種以上の樹脂を組み合わせて中間膜を形成することによっても、広い温度範囲にわたって合わせガラス10の遮音性能を高め得ることが知られている。例えば、特開2001-206742号公報に記載された、複数種の樹脂をブレンドする方法、特開2001-206741号公報、特開2001-226152号公報に記載された、複数種の樹脂を積層する方法、特開2001-192243号公報に記載された、中間膜中の可塑剤量に偏向を持たせる方法等が挙げられる。これらの技術を採用し、樹脂構造の改質、可塑剤の添加、2種以上の樹脂の組み合わせ等といった手段を適宜組み合わせることで、中間膜2を形成すべき

樹脂材料の損失正接の値、すなわち遮音性を制御することが可能となる。

[0089] さらに、合わせガラス10は、上述したような近赤外光を遮断すること以外による遮熱性を更に有していると好ましい。このように合わせガラス10の遮熱性を高める方法としては、中間膜2中に、遮熱機能を有する金属、酸化物微粒子、金属ホウ素化物等を更に含有させるか、またはこれらを含む層を合わせガラスの積層構造中に導入する方法が挙げられる。このような方法としては、例えば、特開2001-206743号公報、特開2001-261383号公報、特開2001-302289号公報、特開2004-244613号公報、国際公開第02/060988号パンフレット等に記載された方法を適用できる。

[0090] 遮熱性を高め得る酸化物微粒子としては、錫ドーパ酸化インジウム(ITO)、アンチモンドーパ酸化錫(ATO)、アルミニウムドーパ酸化亜鉛(AZO)等が挙げられる。また、ホウ化物微粒子としては YB_6 、 LaB_6 、 CeB_6 、 PrB_6 、 NdB_6 、 SmB_6 、 EuB_6 、 GdB_6 、 TbB_6 、 DyB_6 、 HoB_6 、 ErB_6 、 TmB_6 、 YbB_6 、 LuB_6 、 ZrB_6 、 BaB_6 、 SrB_6 、 CaB_6 等の6ホウ化物微粒子が挙げられる。なお、上述した酸化物微粒子が含有された中間膜2は、透光性が低下しやすい傾向にあることから、酸化物微粒子の粒径を規定したり(特許第271589号公報、特開2002-293583号公報)、分散性を高めたりして、透光性を良好に維持するための方法を適用してもよい。後者のように酸化物微粒子の分散性を高めるための方法としては、当該微粒子を機械的に分散させることや、分散剤を用いること等の公知の微粒子分散技術が適用できる。

[0091] なお、合わせガラスの遮熱性を高める方法としては、上述した酸化物微粒子等を含む方法以外に、例えば、有機系の遮熱機能を有する染料・顔料を含有させる方法や、遮熱性能を有する透光性基板を用いる方法も挙げられる。前者の有機系の遮熱機能を有する染料・顔料を含有させる方法としては、特開平7-157344号公報、特許第319271号公報に記載された方法が挙げられる。このような染料・顔料としては、具体的には、フタロシアニン系、アントラキノン系、ナフトキン系、シアニン系、ナフトロシアニン系、ピロール系、イモニウム系、ジチオール系、メルカプトナフトール系等の染料・顔料が挙げられる。

[0092] また、後者のような遮熱性能を有する透光性基板としては、例えば、特開2001-1

51539号公報に記載されているようなFe含有ガラス(例えば、グリーンガラス等)、特開2001-261384号公報、特開2001-226148号公報に記載されているような金属、金属酸化物を積層したガラス板が挙げられる。

[0093] このように、上述した実施形態の合わせガラスは、中間膜に含まれる近赤外光吸収材料が近赤外光領域の光線を吸収することによって、熱線である近赤外光を遮断する特性を発揮するものであるが、本発明の合わせガラス(積層体)は、更なる近赤外光遮断特性の向上を目的として、近赤外光吸収層に加えて、近赤外光を反射する特性を有する層(反射層)を更に有していてもよい。

[0094] 図2は、反射層を有する合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。合わせガラス20は、透光性基板21、近赤外光吸収層22、反射層23及び透光性基板21をこの順に備える構造を有している。透光性基板21及び近赤外光吸収層22は、上述した合わせガラス10におけるのと同様のものが適用できる。

[0095] 反射層23としては、金属や金属酸化物から構成される層が挙げられ、具体的には、例えば、金、銀、銅、錫、アルミニウム、ニッケル、パラジウム、ケイ素、クロム、チタン、インジウム、アンチモン等の金属単体、合金、混合物又は酸化物が例示できる。

[0096] このような反射層23を有する合わせガラス20は、例えば、以下のようにして製造することができる。すなわち、まず、透光性基板21の一面に反射層23を設けたものを準備する。ここで、透光性基板21上に反射層23を形成する方法としては、金属や金属酸化物を透光性基板21上に蒸着する方法等が挙げられる。次に、近赤外光吸収層22となるべきシート的一方の面側に、反射層23が形成された透光性基板21をその反射層23が接するように配置するとともに、他方の面側に透光性基板21のみを配置する。そして、これらを圧着することによって、合わせガラス20を得ることができる。

[0097] ところで、このように透光性基板21と近赤外光吸収層22との間に反射層23を形成すると、反射層23と近赤外光吸収層22との接着性が低下してしまう場合がある。こうなると、例えば合わせガラス20が破損した場合に透光性基板21が剥離・飛散し易くなり、安全性の点で問題が生じることとなる。かかる問題を避ける観点からは、例えば、近赤外光吸収層22と反射層23との間に、両者の接着力を向上させ得る層を更に設けることが好ましい。こうすることで、反射層23と近赤外光吸収層22との接着性を

改善することが可能となる。

- [0098] このように接着力を向上させる手段としては、例えば、近赤外光吸収層22に含まれる樹脂成分がポリビニルアセタールである場合、近赤外光吸収層22よりも高いアセタール度を有するポリビニルアセタールからなる層(特開平7-187726号公報、特開平8-337446号公報)、所定の割合のアセトキシ基を有するPVBからなる層(特開平8-337445号公報)、所定のシリコンオイルからなる層(特開平7-314609号広報)等を形成する方法が採用できる。
- [0099] また、反射層23としては、上述したような金属や金属酸化物を含む層以外に、特表平09-506837、特表2000-506082、特表2000-506084、特表2004-525403、特表2003-515754、特開2002-231038、特表2004-503402等で示されるような、光の干渉を利用して特定波長を反射する高分子多層フィルムを用いることも出来る。
- [0100] なお、反射層は、合わせガラスにおいて、必ずしも上述したように透光性基板と近赤外光吸収層との間に設けられている必要はなく、例えば、透光性基板の間に複数の樹脂からなる層が形成されている場合は、これらの層の間に設けられた形態であってもよい。
- [0101] 図3は、透光性基板間に設けられた複数の層間に反射層を有する合わせガラスの断面構造の一例を模式的に示す図である。合わせガラス30は、透光性基板31、近赤外光吸収層32、反射層33、樹脂層34、近赤外光吸収層32、透光性基板31をこの順に備える構造を有している。かかる合わせガラス30において、透光性基板31、近赤外光吸収層32及び反射層33としては、上述したのと同様のものが適用できる。また、樹脂層34としては、公知の樹脂材料からなるものが適用でき、このような樹脂材料としては、例えば、ポリエチレンテレフタレートやポリカーボネート等が挙げられる。なお、このような構造の合わせガラス30においては、近赤外光吸収層32は少なくとも一層設けられていればよい。例えば、上述した近赤外光吸収層32のうちの一層は、近赤外光吸収特性を有しない樹脂材料からなる層であってもよい。
- [0102] このように、近赤外光吸収層(中間膜)に加えて更に反射層を設けることで、両層の効果により、合わせガラスに対して更に優れた近赤外光遮断特性を付与することが

できる。また、上述したような、反射層と近赤外光吸収層との接着性を改善する方法を採用すれば、このような近赤外光遮断特性に加え、優れた強度を有する合わせガラスを得ることも可能となる。

[0103] 上述した構成を有する合わせガラス等の積層体においては、太陽光等の熱線成分を含む光が入射すると、中間膜である近赤外光吸収層が発現する近赤外光吸収特性によって、近赤外光領域(波長700～1200nm程度)の熱線が遮断される。一般に、この波長領域の光線は、肌が焼きつくようなジリジリとした刺激的な暑さを感じさせる傾向にあるが、上述した積層体を透過する光線は、このような近赤外光が遮断されているため主として可視光線となる。よって、かかる積層体を窓材等に用いれば、可視光を効率良く取り込みつつ、室内や屋内の温度上昇を抑えることができる。

[0104] なお、可視光の取り込みを十分に行う観点から、合わせガラスは、そのヘーズが50%以下であると好ましく、40%以下であると寄り好ましく、35%以下であると更に好ましい、このヘーズが50%を超えると、合わせガラスの透光性が低下し、可視光の取り込みが不十分となる傾向にある。

[0105] このように、本発明の積層体(合わせガラス)は、優れた近赤外光遮断性能を有していることから、太陽光等の自然光その他の外光を取り入れるための建材(建築物の部材に限定されない)、例えば、自動車、船舶、航空機又は電車(鉄道)車両の窓材、アーケード等の通路の天蓋材、カーテン、カーポートやガレージの天蓋、サンルームの窓又は壁材、ショーウィンドウやショーケースの窓材、テント又はその窓材、ブラインド、定置住宅や仮設住宅等の屋根材や天窗その他窓材、道路標識等の塗装面の被覆材、パラソル等の日除け具材、その他熱線の遮断が必要とされる種々の部材に好適に用いることができる。

実施例

[0106] 以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[アルキルリン酸エステル銅化合物の調製]

[0107] (調製例1)

リン酸エステル化合物として、オレイルフォスフェート(モノエステル体及びジエステ

ル体の等モル混合物、東京化成社製；以下、「OLP」と略す)を用い、その63. 1gをトルエン180gに溶解した。得られた溶液に酢酸銅一水和物20. 0gを加え、この溶液を還流しながら酢酸を除去した。その後、反応溶液からトルエンを留去して、リン酸エステル銅化合物(オレイルリン酸エステル銅化合物；OLPC)80. 4gを得た。

[0108] (調製例2～7)

リン酸エステル化合物として、OLPに代えて、上記一般式(2a)で表される化合物において、 R^{21} が2-エチルヘキシル基であるもの(調製例2、東京化成社製、以下、「2-EHP」と略す)、*n*-ブチル基であるもの(調製例3)、メチル基であるもの(調製例4)、オクタデシル基であるもの(調製例5)、ヘキサデシル基であるもの(調製例6)、又はジフェニル基であるもの(調製例7)をそれぞれ用いたこと以外は、調製例1と同様にしてリン酸銅エステル化合物を得た。各調製例における、原料及び酢酸銅一水和物の配合量、並びに得られたリン酸エステル銅化合物の収量を、表1に示す。

[0109] [表1]

リン酸エステル 銅化合物	リン酸エステル化合物(g)	酢酸銅一水和物(g)	収量(g)
調製例2	5. 00	2. 37	6. 04
調製例3	5. 00	4. 13	6. 98
調製例4	10. 0	12. 6	14. 2
調製例5	31. 8	10. 0	18. 6
調製例6	5. 03	0. 97	5. 42
調製例7	20. 1	8. 06	23. 7

[0110] (調製例8～12)

まず、リン酸エステル化合物として、上記一般式(2b)で表される化合物における R^{22} が、上記化学式(5a)で表される基であるもの(調製例8)、上記化学式(5c)で表される基であるもの(調製例9)、上記化学式(5d)で表される基であるもの(調製例10)、上記化学式(5e)で表される基であるもの(調製例11)、上記化学式(5b)で表される基であるもの(調製例12)を合成した。

[0111] ここで、これらのリン酸エステル化合物の製造は、以下に示すようにして行った。すなわち、まず、各リン酸エステル化合物に対応するオキシアルキレン単位及び末端構造を有する各種のアルコールを、トルエンに溶解した後、氷浴にて冷却した。次いで、それぞれの溶液に、五酸化二リンを徐々に添加して攪拌した後、100℃で2時間加熱して反応を完了させた。その後、反応物からトルエンを留去して、リン酸エステル化合物を得た。

[0112] このようにして各種のリン酸エステル化合物を得た後、得られたリン酸エステル化合物を、酢酸銅一水和物とともにトルエンに添加して攪拌し、さらに、この反応液を還流しながら副生物である水及び酢酸を除去した。そして、反応終了後、反応液を濾過した後、濾液を濃縮して、リン酸エステル銅化合物を得た。

[0113] 調製例8～12のリン酸エステル化合物の合成及びリン酸エステル銅化合物の合成に用いた各成分の配合量及びそれぞれの収量を、まとめて表2に示す。

[0114] [表2]

リン酸エステル銅化合物	リン酸エステル化合物の合成			リン酸エステル銅化合物の合成		
	アルコール(g)	五酸化二リン(g)	収量(g)	リン酸エステル化合物(g)	酢酸銅一水和物(g)	収量(g)
調製例8	15.03	5.36	20.09	10.04	5.49	7.86
調製例9	17.29	3.97	22.73	10.02	3.72	10.65
調製例10	15.01	3.72	15.03	10.03	3.76	10.84
調製例11	15.05	3.27	18.49	10.06	3.82	11.99
調製例12	15.03	3.41	18.42	10.02	3.85	11.38

[0115] (調製例13)

リン酸エステル化合物として、上記一般式(2b)で表される化合物におけるR²²が、上記化学式(7)で表される基であるものを用い、その15.48gをトルエン60.18gに溶解した。得られた溶液に酢酸銅一水和物5.01gを加え、この溶液を還流しながら酢酸を除去した。そして、得られた溶液からトルエンを留去して、リン酸エステル銅化合物20.82gを得た。

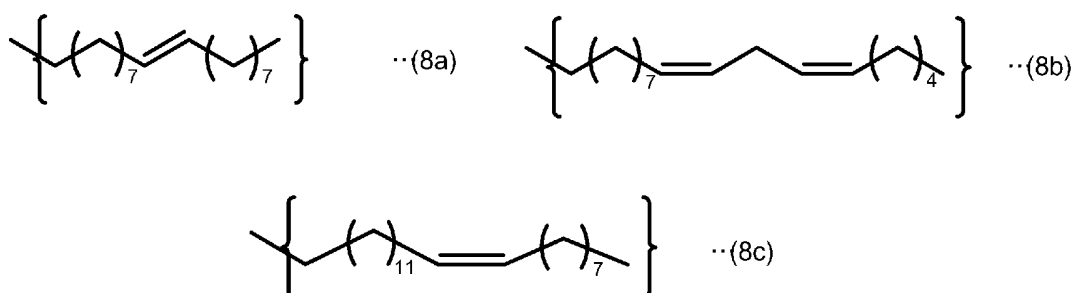
[0116] (調製例14)

リン酸エステル化合物として、上記化学式(6)で表される基であるものを用い、その21.40gをトルエン80.23gに溶解した。得られた溶液に酢酸銅一水和物5.01gを加え、この溶液を還流しながら酢酸を除去した。そして、得られた溶液からトルエンを留去して、リン酸エステル銅化合物26.02gを得た。

[0117] (調製例15～17)

まず、リン酸エステル化合物として、上記一般式(1)で表される化合物における R^1 が、trans-9-オクタデセニル基(下記化学式(8a)で表される基)であるもの(調製例15)、cis, cis-9, 12-オクタデセニル基(下記化学式(8b)で表される基)であるもの(調製例16)及びcis-13-ドコセニル基(下記化学式(8c)で表される基)であるもの(調製例17)を合成した。これらのリン酸エステル化合物は、上記調製例8～12におけるリン酸エステル化合物と同様にして合成した。

[0118] [化8]



[0119] 次いで、得られたリン酸エステル化合物を用い、上記調製例8～12と同様にして、リン酸エステル銅化合物を得た。調製例15～17のリン酸エステル化合物の合成及びリン酸エステル銅化合物の合成に用いた各成分の配合量及びそれぞれの収量を、まとめて表3に示す。

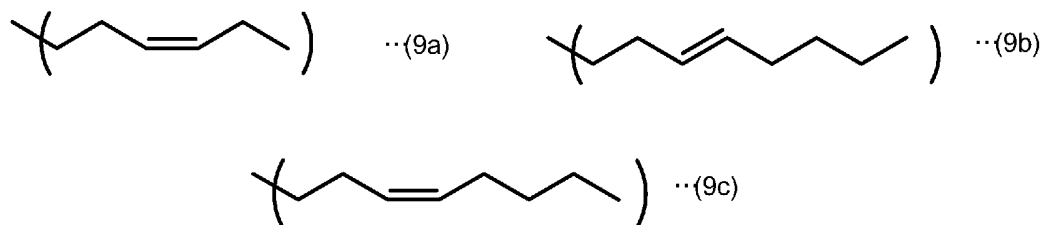
[0120] [表3]

リン酸エステル銅化合物	リン酸エステル化合物の合成			リン酸エステル銅化合物の合成		
	アルコール (g)	五酸化ニリン (g)	収量(g)	リン酸エステル化合物(g)	酢酸銅一水和物(g)	収量(g)
調製例15	9.95	1.76	11.95	5.02	1.56	11.56
調製例16	13.05	2.32	15.08	10.07	3.38	14.07
調製例17	15	2.15	17.44	11.53	3.01	14.23

[0121] (調製例18～21)

まず、リン酸エステル化合物として、上記一般式(1)で表される化合物における R^1 が、cis-3-ヘキセニル基(下記化学式(9a)で表される基)であるもの(調製例18)、trans-オクテニル基(下記化学式(9b)で表される基)であるもの(調製例19)、cis-3-オクテニル基(下記化学式(9c)で表される基)であるもの(調製例20)及びステアシル基であるもの(調製例21)を合成した。

[0122] [化9]



[0123] 次に、得られたリン酸エステル化合物を用い、上記調製例8～12と同様にしてリン酸エステル銅化合物を得た。調製例18～21のリン酸エステル化合物の合成及びリン酸エステル銅化合物の合成に用いた各成分の配合量及びそれぞれの収量を、まとめて表4に示す。

[0124] [表4]

リン酸エステル銅化合物	リン酸エステル化合物の合成			リン酸エステル銅化合物の合成		
	アルコール(g)	五酸化二リン(g)	収量(g)	リン酸エステル化合物(g)	酢酸銅一水和物(g)	収量(g)
調製例18	21.33	10.08	31.83	10.04	6.32	10.79
調製例19	20.77	7.57	29.75	10.04	5.23	12.92
調製例20	21.49	7.93	30.75	10.02	5.38	13.34
調製例21	—	—	—	20.16	6.35	24.44

[近赤外光吸収性組成物の製造]

[0125] (実施例1～16、比較例1～8)

(I) 調製例1及び15～21で得られたリン酸エステル銅化合物と、(II) 調製例2～14で得られたリン酸エステル銅化合物とを、それぞれ表5及び6に示す配合量にしたが

って混合し、近赤外光吸収材料を得た。次いで、これらの近赤外光吸収材料1gを、可塑剤であるトリエチレングリコール—ジ—2—エチルヘキサネート2gに溶解した後、この混合物をPVB(エスレックBH-3、積水化学社製)7gと混合して、近赤外光吸収性組成物を得た。なお、表5及び6中、(I)及び(II)の欄には、それぞれの実施例で用いたリン酸エステル銅化合物の調製例の番号を括弧書きで記した。

[0126] [表5]

近赤外光吸収性 組成物	(I) (g)	(II) (g)
実施例1	0.5(調製例1)	0.5(調製例2)
実施例2	0.25(調製例1)	0.75(調製例2)
実施例3	0.75(調製例1)	0.25(調製例2)
実施例4	0.9(調製例1)	0.1(調製例2)
実施例5	0.9(調製例1)	0.1(調製例3)
実施例6	0.9(調製例1)	0.1(調製例4)
実施例7	0.5(調製例1)	0.5(調製例8)
実施例8	0.5(調製例1)	0.5(調製例9)
実施例9	0.5(調製例1)	0.5(調製例10)
実施例10	0.5(調製例1)	0.5(調製例11)
実施例11	0.5(調製例1)	0.5(調製例12)
実施例12	0.5(調製例1)	0.5(調製例13)
実施例13	0.5(調製例1)	0.5(調製例14)
実施例14	0.5(調製例15)	0.5(調製例2)
実施例15	0.5(調製例16)	0.5(調製例2)
実施例16	0.5(調製例17)	0.5(調製例2)

[0127] [表6]

近赤外光吸収性 組成物	(I) (g)	(II) (g)
比較例 1	1 (調製例 1)	—
比較例 2	—	1 (調製例 2)
比較例 3	0. 5 (調製例 1)	0. 5 (調製例 5)
比較例 4	0. 9 (調製例 1)	0. 1 (調製例 6)
比較例 5	0. 5 (調製例 1)	0. 5 (調製例 7)
比較例 6	0. 5 (調製例 18)	0. 5 (調製例 2)
比較例 7	0. 5 (調製例 20)	0. 5 (調製例 2)
比較例 8	0. 5 (調製例 21)	0. 5 (調製例 2)

[0128] (実施例17～19)

まず、(I) OLPと(II) 2-EHPとを、トルエンに溶解した。得られた溶液に酢酸銅一水和物を加え、この溶液を還流しながら酢酸を除去した後、更にトルエンを除去して、OLP及び2-EHPを含むリン酸エステル銅化合物を得た。なお、原料及び酢酸銅一水和物の配合量及び収量は、表7に示すとおりであった。表7において、(I)、(II)の欄には、両者のモル比を括弧書きで記した。

[0129] 得られたリン酸エステル銅化合物1gを、可塑剤であるトリエチレングリコール—2-エチルヘキサネート2gに溶解した後、さらにPVB(エスレックBH-3、積水化学社製)7gと混合して、近赤外光吸収性組成物を得た。

[0130] (実施例20)

(II)の化合物として、2-EHPに代えて、上記一般式(2a)で表される化合物において、 R^{21} がデシル基であるものを用いたこと以外は、実施例17と同様にして近赤外光吸収性組成物を得た。なお、原料及び酢酸銅一水和物の配合量及び収量は、表7に示すとおりであった。

[0131] [表7]

近赤外光吸収性組成物	(I) (g)	(II) (g)	酢酸銅一水和物 (g)	収量 (g)
実施例17	23.7(75)	4.48(25)	10.0	32.2
実施例18	7.91(25)	13.4(75)	10.0	25.3
実施例19	15.8(50)	8.89(50)	10.0	28.8
実施例20	7.92(50)	5.34(50)	5.00	14.7

[0132] (実施例21)

まず、以下に示す方法によりリン酸エステル銅化合物を調製した。すなわち、まず、158gのOLP及び88.9gの2-EHPをトルエンに溶解した。得られた溶液に酢酸銅一水和物100gを加え、この溶液を還流しながら酢酸を除去した後、更にトルエンを除去して、OLP及び2-EHPを含むリン酸エステル銅化合物270gを得た。

[0133] 次いで、得られたリン酸エステル銅化合物0.1gと、5gの2-エチルヘキシルメタアクリレート、4gの2-エチルヘキシルアクリレート、重合開始剤である0.1gのジ-tert-ブチルペルオキシド及び重合速度調整剤である0.02gの α -メチルスチレンとを混合して、近赤外光吸収性組成物を得た。

[合わせガラスの製造]

[0134] (実施例22～41、比較例9～16)

まず、実施例1～20及び比較例1～8の近赤外光吸収性組成物を、プレス機(WF-50、神藤金属工業社製)により、85℃で数回プレスした後、更に120℃で数回プレスして、厚さ1.0mmのシート状成形物を得た。

[0135] 次いで、得られたシート状成形物を、縦26mm、横76mm、厚さ1mmの一对のスライドガラスで挟み、積層体を得た。そして、この積層体を、オートクレーブ中で温度130℃、圧力1.2MPaの条件で圧着して、実施例22～41、比較例10～18の合わせガラスを得た。なお、実施例1～20の近赤外光吸収性組成物を用いた場合が実施例22～41に、比較例1～8の近赤外光吸収性組成物を用いた場合が比較例9～16にそれぞれ該当する。

[0136] (実施例42)

まず、縦26mm、横76mm、厚さ1mmの一对のスライドガラスを2枚準備し、これを

互いに対向するように1mm離間させた状態で保持した。両者の側面を、注入口を除いてポリエステルテープで封止した。そして、注入口から実施例21の近赤外光吸収性組成物を注入した後、当該注入口をポリエステルテープで塞いだ。その後、110℃でこの近赤外光吸収性組成物の重合・硬化を行った。これを冷却した後、側面にまきつけたポリエステルテープをはがし、実施例42の合わせガラスを得た。

[耐光性の評価]

[0137] 実施例21～42及び比較例9～16の合わせガラスを用い、以下に示す方法で耐光性の評価を行った。すなわち、まず、製造直後の各合わせガラスについて、濁り度計(NDH-1001DP、日本電色工業社製)を用いて濁り度(ヘーズ(0h))の評価を行った(JISK 7136に準拠する方法)。次いで、これらの合わせガラスに対し、キセノンウェザーメーター(アトラスC135、東洋精機製作所社製;光源:キセノンランプ、自動照射強度:0.83W/m²、ブラックパネル温度:63℃)を用いて、100時間紫外線照射を行った。その後、紫外線照射後の各合わせガラスについて、上記と同様にして濁り度(ヘーズ(100h))を測定した。そして、紫外線を照射する前後における合わせガラスのヘーズの変化(Δ ヘーズ=ヘーズ(100h)－ヘーズ(0h))を算出し、これに基づいて耐光性を評価した。

[0138] 得られた紫外線照射前後のヘーズの値及び Δ ヘーズの値を、まとめて表8及び表9に示す。なお、 Δ ヘーズの値が小さいほど合わせガラスの透光性変化(劣化)が小さいことから、耐光性が高いことを示している。

[0139] [表8]

合わせガラス	耐光性試験		
	ヘーズ (0h)	ヘーズ (100h)	Δ ヘーズ
実施例22	5.6	8.6	2.9
実施例23	4.5	5	0.5
実施例24	3.6	6.3	2.5
実施例25	3.7	7.6	3.9
実施例26	10	10.7	0.7
実施例27	34.6	31.3	-3.3
実施例28	1	2.2	1.2
実施例29	1.3	1.7	0.4
実施例30	2.6	2.2	-0.4
実施例31	3.8	2.6	-1.2
実施例32	1.3	5.4	4.1
実施例33	1.7	4.7	3
実施例34	3.9	3.6	-0.3
実施例35	3.4	2.9	-0.5
実施例36	3	7	4
実施例37	31.4	15.7	-15.7
実施例38	3.7	4	0.3
実施例39	5.7	2.5	-3.2
実施例40	8.1	7.1	-1
実施例41	9.2	8.4	-0.8
実施例42	0.1	0.7	0.6

合わせガラス	耐光性試験		
	ヘーズ (0h)	ヘーズ (100h)	Δヘーズ
比較例9	10.3	19.4	9.1
比較例10	4.2	37.4	33.2
比較例11	37.9	59.5	21.6
比較例12	13.1	31.1	18
比較例13	58.7	39.9	-18.8
比較例14	16.2	26.5	10.3
比較例15	12.2	21.9	9.7
比較例16	29.4	51.5	22.1

[0141] 表8及び表9より、特定のリン酸エステル化合物の組み合わせを用いた実施例22～42の合わせガラスは、いずれもヘーズの値(0h及び100h)が50を下回っていることから透光性(透明性)に優れており、しかもΔヘーズの値が5未満であることから、紫外線照射後であっても透光性の低下が極めて小さく、耐光性に優れていることが確認された。

[0142] 一方、上記特定の組み合わせでリン酸エステル化合物を用いなかった比較例9～16の合わせガラスは、ヘーズが50を超えており透光性が低く、窓材として不適なものであるか、又は、Δヘーズが5を超えており耐光性が低いものであった。

[0143] 特に、近赤外光吸収性組成物において、(I)として調製例1のOLPCを用いた実施例22～34及び実施例38～41の合わせガラスは、Δヘーズの値が±5以内であり、極めて耐光性に優れるものであることが判明した。

請求の範囲

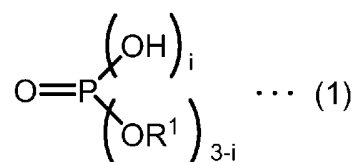
[1] (I)、(II) 及び (III) を含有することを特徴とする近赤外光吸収材料。

(I) : 下記一般式 (1) で表されるリン酸エステル化合物

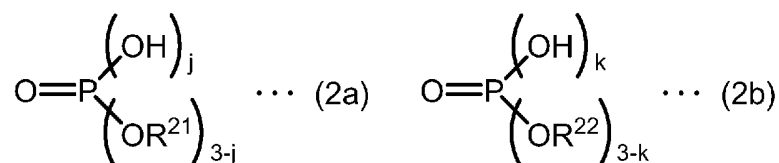
(II) : 下記一般式 (2a) で表されるリン酸エステル化合物、及び／又は、下記一般式 (2b) で表されるリン酸エステル化合物

(III) : 銅イオン

[化1]



[化2]

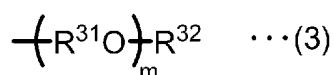


[式中、 R^1 は炭素数12～24のアルケニル基、 R^{21} は炭素数1～15の鎖状又は環状アルキル基、 R^{22} はエーテル結合及び／又はエステル結合を有する1価の有機基を示し、 i 、 j 及び k はそれぞれ独立に1又は2である。]

[2] 前記 R^1 はオレイル基であることを特徴とする請求項1記載の近赤外光吸収材料。

[3] 前記 R^{22} は、下記一般式 (3) で表される1価の基であることを特徴とする請求項1又は2記載の近赤外光吸収材料。

[化3]



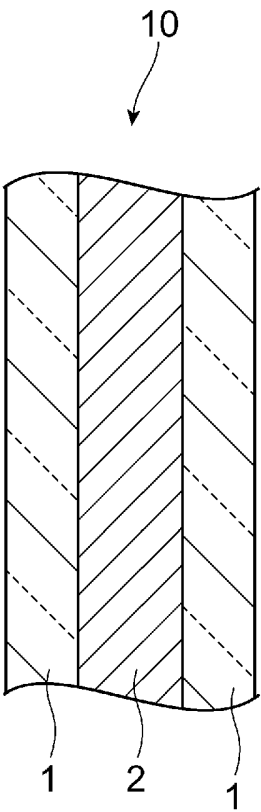
[式中、 R^{31} は炭素数2～4のアルキレン基、 R^{32} は炭素数1～12のアルキル基又は炭素数2～5のアシル基を示し、 m は1～6の整数である。]

[4] 前記(II)は、前記一般式 (2a) で表されるリン酸エステル化合物であり、該化合物における前記 R^{21} は、炭素数8のアルキル基であることを特徴とする請求項1又は2記載

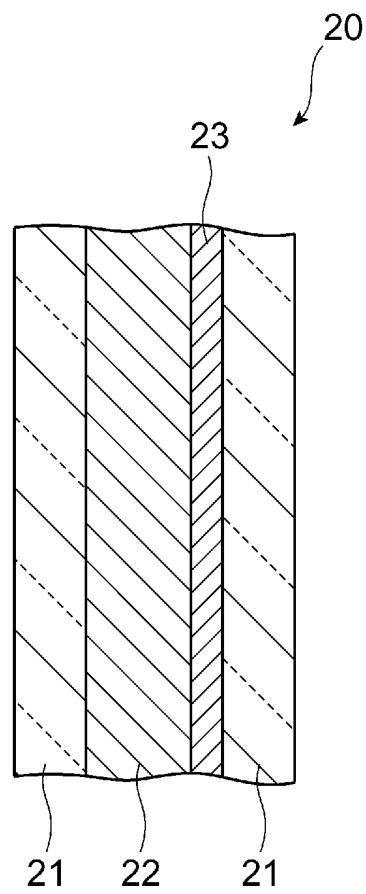
の近赤外光吸収材料。

- [5] 請求項1～4のいずれか一項に記載の近赤外光吸収材料と、合成樹脂とを含有することを特徴とする近赤外光吸収性組成物。
- [6] 透光性基板と、
前記透光性基板上に設けられた、請求項5記載の近赤外光吸収性組成物からなる近赤外光吸収層と、
を備えることを特徴とする積層体。

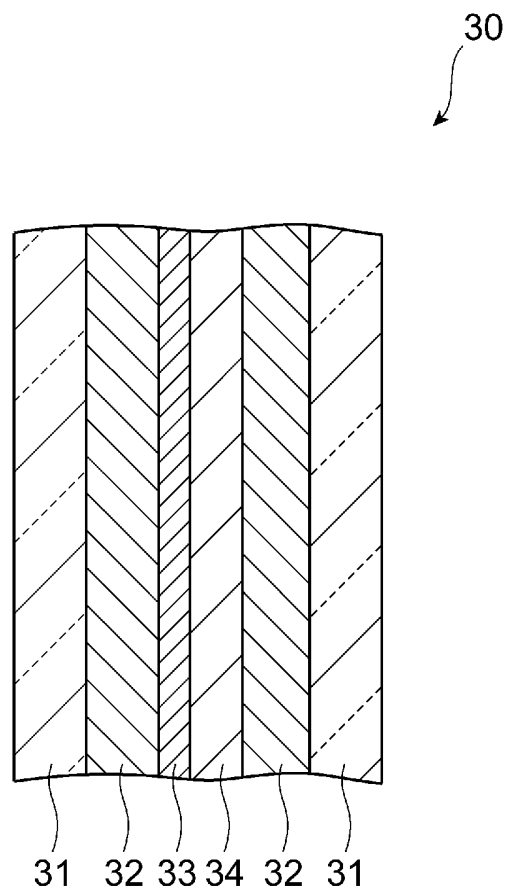
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/008894

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C09K3/00, B32B27/18//C03C27/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C09K3/00, B32B27/18-27/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CA, REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 9-211220 A (Kureha Chemical Industry Co., Ltd.), 15 August, 1997 (15.08.97), & WO 97/28226 A1	1-6
A	JP 2001-19939 A (Kureha Chemical Industry Co., Ltd.), 23 January, 2001 (23.01.01), (Family: none)	1-6

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
05 August, 2005 (05.08.05)Date of mailing of the international search report
23 August, 2005 (23.08.05)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C09K3/00, B32B27/18 // C03C27/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C09K3/00, B32B27/18-27/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CA, REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 9-211220 A (呉羽化学工業株式会社) 1997.08.15 & WO 97/28226 A1	1-6
A	JP 2001-19939 A (呉羽化学工業株式会社) 2001.01.23 (ファミリーなし)	1-6

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.08.2005

国際調査報告の発送日

23.8.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

渡辺 陽子

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4V

3344